



(12) CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: a 2014 01015

(22) Data de depozit: 22/12/2014

(41) Data publicării cererii:
30/06/2016 BOPI nr. 6/2016

(71) Solicitant:
• UNIVERSITATEA "BABEȘ-BOLYAI" DIN
CLUJ-NAPOCA, STR. MIHAIL
KOGĂLNICEANU NR. 1, CLUJ-NAPOCA, CJ, RO

(72) Inventatori:
• TURCU ROMULUS VALERIU FLAVIU,
GENERAL DRAGALINA NR. 131, TURDA,
CJ, RO;
• SIMION SIMION, STR. HOREA NR. 4,
AP. 22, CLUJ-NAPOCA, CJ, RO;
• MUREȘAN VASILE, STR. ISLAZULUI
NR. 10, AP. 3, CLUJ-NAPOCA, CJ, RO

(54) DISPOZITIVE ȘI METODĂ PENTRU ETANȘAREA
ROTOARELOR PORT PROBĂ PENTRU REZONANȚA
MAGNETICĂ NUCLEARĂ

(57) Rezumat:

Invenția se referă la dispozitive și metodă pentru etanșarea rotoarelor port-probă, pentru rezonanță magnetică nucleară, utilizate în spectroscopia de rezonanță magnetică. Dispozitivul conform invenției prezintă un capac (10) turbionar, prevăzut cu cinci pale (21) decalate la 72°, care sunt acționate de fluxul de gaz ce imprimă mișcarea de rotație a ansamblului unui container (30) port-probă, când este levitat în interiorul sondei de analiză plasate în câmpul magnetic, palele (21) părții turbionare, superioare, ale unui capac (20) fiind prelucrate având o curbă (22) interioară în partea stângă, și astfel putându-se imprima o mișcare de rotație a containerului (30) port-probă, în sens contrar acelor de ceasornic, iar diametrul exterior al zonei turbionare a capacului (10) și, respectiv, cea din imediata vecinătate a capacului (20) prezintă un diametru (d2) egal cu diametrul exterior al unei cămăși (100) cilindrice, în timp ce diametrul (d1) părții care culisează în interiorul containerului (30) de probă este egal cu diametrul interior al cămășii (100) cilindrice, pentru facilitarea introducerii capacului (10) turbionar în cămașa (100) cilindrică, o parte (31) a capacului (10) fiind prelucrată ca și țesire la un unghi (32) de 45°, unghiul țesăturii nefiind însă limitat la această valoare.

Revendicări: 17
Figuri: 5

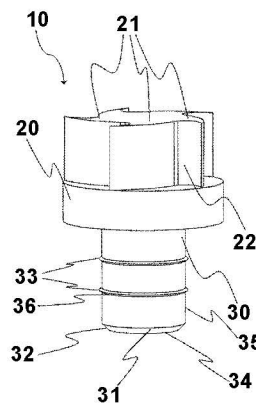


Fig. 2

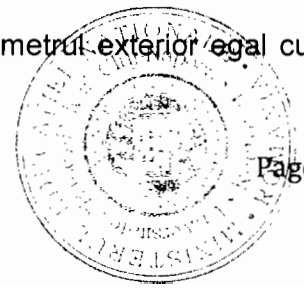


DISPOZITIVE ȘI METODĂ PENTRU ETANȘAREA ROTOARELOR PORT-PROBĂ PENTRU REZONANȚA MAGNETICĂ NUCLEARĂ

Invenția se referă la un dispozitiv și metoda asociată pentru etanșare și rotirea
5 containerelor port-probă utilizate în spectroscopia de rezonanță magnetică nucleară.

În scopul analizelor structurale și dinamice a probelor solide, prin rezonanța
magnetică nucleară (RMN), este cunoscuta utilizarea tehnicii de rotire a probelor la
un unghi de $54,74^\circ$ față de direcția câmpului magnetic extern aplicat, ca fiind cvasi
10 permanent utilizată. Cunoscută sub numele de "rotire la unghiul magic" tehnica
presupune utilizarea unor containere port-probă cilindrice, din material ceramic, care
permit levitarea și concomitent rotirea probelor de analizat la frecvențe de ordinul
kHz. Astfel, în funcție de diametrul exterior al containerelor port-probă, se pot obține
frecvențe de rotație maxime de până la 70 kHz. Rotirea la frecvențe cât mai ridicate
15 este o cerință imperios necesară pentru îngustarea liniilor spectrale, generate de
interacțiunile spiniilor nucleari.

Containerele port-probă se împart în două categorii, cu unul și respectiv
ambele capete deschise. În acest capat este introdus, după încărcare probelor de
analizat, capacul cilindric al cărui diametru exterior, al părții care culisează în
20 interiorul containerului cilindric, d_1 este egal cu diametrul interior al cilindrului, în timp
ce partea exterioară are diametrul egal cu containerul și anume d_2 . Introducerea se
face prin presare. În cazul în care cilindrul are un singur capat deschis partea
capacului care nu intră în cilindru și deci care are diametrul exterior egal cu cel al



K

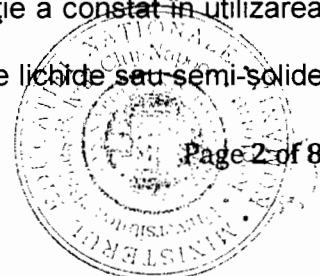
cilindrului, prezinta o forma turbionară. Aceast capac cu parte exterioara având forma de turbina este componenta prin care este imprimată mișcarea de rotație a containerului port probă. În cazul designului cu ambele capete deschise pe lângă capacul cu forma de turbină există un al doilea capac care are forma exterioară cilindrică. Acesta nu are rol în dinamica containerului port-probă, el fiind utilizat doar pentru încărcarea și descarcarea.

Indiferent de configurația utilizată, containerele port-probă cilindrice nu permit etanșarea volumului interior, delimitat de suprafața interioara a cilindrului ceramic și suprafața capacului/capacelor, denumit și volum activ și astfel evitarea scurgerii lichidelor din interior spre exterior ca urmare a presiunii generate de forța centrifugă.

Un alt neajuns îl constituie și expunerea permanentă a volumului activ al containerului port probă la atmosfera ambinetală, situație care este inacceptabilă în multe cazuri. Aceste neajunsuri limitează utilizare spectroscopiei de rezonanță magnetică nucleară, o tehnică extrem de utilizată pentru rezolvarea numeroaselor problemele de natură biologică, chemică, fizică din numeroase discipline științifice, în cazul soluțiilor și al amestecurilor solid/lichid.

În condițiile în care în ultimele decenii au fost prezentate beneficiile utilizării tehnicii RMN prin rotirea probelor la unghiul magic și la compuşii lichizi și semi-solizi (amestecuri omogene sau heterogene solid – lichid) etanșarea containerelor port-probă este esențială .

În scopul etanșării containerelor port-probă și astfel pentru a extinde utilizarea tehnicii RMN prin rotire la unghi magic ($54,74^\circ$) în cazul compuşilor lichizi sau semi-solizi doua abordari tehnice ce au fost preferate. Prima soluție a constat în utilizarea unor containere din material plastic sau sticla în care probele lichide sau semi-solide



erau încărcate și care erau ulterior introduse în containerele port-probă RMN. Aceasta abordare prezintă două dezavantaje majore și anume reducerea dramatică a volumului activ al containerului port-probă și introducerea unor semnale RMN de fundal de intensitate ridicată. Este știut faptul că rezonanța magnetică nucleară, de altfel o metodă extrem de capabilă, suferă de sensibilitatea scăzută a metodei de detecție. Aceasta limitare a detecției inductive s-a urmărit întotdeauna a fi compensată prin creșterea volumului activ al containerelor port-probă. Reducerea volumului activ al containerului port-probă duce la reducerea semnalului RMN, astfel fiind necesară prelungirea perioadei de achiziție. Problema semnalelor RMN de fundal introduse de către materialele plastice sau sticla folosite ca și suport ermetic este un dezavantaj major deoarece duce la scăderea raportului semnal zgomot pentru semnalele RMN provenite de la speciile analizate. Problematika este bine cunoscută și fundamentată și nu este detaliată în prezentul document.

Este cunoscută de asemenea și abordarea tehnică în care capacul turbină este dotat cu o garnitură cu secțiune circulară. Indiferent de tipul de material folosit ca și garnitură, metoda eșuează în ermetizarea volumului activ peste o valoare critică a frecvenței de rotație. Acest prag este determinat de parametrii intrinseci ai materialelor utilizate pentru fabricarea capacului turbionar (diametru, rezistență la rupere, modulul de elasticitate), ai garniturii cu secțiune circulară (densitate, rată de comprimare și diametru) și respectiv densitatea și vâscozitatea lichidului sau a amestecului semi-solid de analizat.

Se cunoaște de asemenea faptul că până la anumite limite de frecvențe de rotație (8 – 10 kHz pentru un container port-proba de 4,0 mm diametru exterior) unele dopuri din materiale plastice ca și Kel-F® sau Teflon® pot menține, în anumite



cazuri, etanșarea în cazul când densitatea fluidului este mai scăzută decât a materialului plomeric și temperatura nu este mult scăzută sub 0 grade Celsius.

Prezenta invenție are ca și scop realizarea unui capac turbionar pentru containerele port-probă utilizate în rezonanța magnetică nucleară, care închide
5 ermetic volumul activ al containerului.

Capacul turbionar pentru etansare și rotire, conform invenției, se caracterizează din punct de vedere al secțiunii axiale printr-o formă care prezintă, la nivelul zonei ce culisează în containerul cilindric, prin muchii ascuțiți și care presează în peretele lateral al containerului formând astfel o etanșare prin
10 comprimare.

La nivelul părții interioare a containerului cilindric se vor forma astfel unul sau mai multe inele de contact, cu partea de diametru inferior al capacului turbionar, datorită acestor muchii.

Prin racirea capacului turbionar în azot lichid, prealabil inserării în cilindru
15 port-probă, acest proces este ușor de realizat și duce la etanșarea volumului activ, delimitat de suprafața interioară a containerului cilindric și suprafața capacului turbionar sau a capacului simplu unde este cazul.

Alte avantaje și caracteristici, precum și modul de operare, închidere / deschidere, sunt evidențiate mai clar din descrierea următoare, prezentată pe baza
20 unui exemplu de realizare a investigației, dar nelimitat la această situație particulară, în care:

- figura 1 – reprezintă un container port-probă cilindric, cu două capete deschise, folosit în rezonanța magnetică nucleară (RMN)



efectuată prin rotire la unghiul magic sau orice alt unghi; vedere dimetrică;

- figura 2 – reprezintă schema unui capac turbionar pentru etanșare, în vedere dimetrică;
- 5 - figura 3 – reprezintă schema containerului port-probă cilindric ca și în figura 1, dar în secțiune dimetrică și respectiv longitudinal axială ;
- figura 4 – reprezintă vedere schematică, dimetrică, a capacului simplu inferior;

În figura 1 se prezintă un container port-probă pentru utilizarea în rezonanța magnetică nucleară (RMN) efectuată în condițiile rotirii probelor la unghiul magic (54,74 grade), sau orice alt unghi, față de direcția câmpului magnetic aplicat. În exemplul de față containerul port-probă este de tip deschis la ambele capete și este compus din trei componente:

- capacul turbionar 10 pentru închidere în partea superioară a containerului cilindric 100 și pentru imprimarea mișcării de rotație a ansamblului containerului port-probă;
- 15 - camașa cilindrică deschisă la ambele capete 100;
- capacul simplu 200 pentru închidere în partea inferioară a containerului cilindric 100.

În figura 2 se prezintă un capac turbionar 10, prevăzut cu 5 pale, decalate la 72 de grade și care sunt acționate de fluxul de gaz care imprimă mișcarea de rotație a ansamblului container port-probă când este levitat în interiorul sondei de analiză, plasată în câmpul magnetic. Palele 21 a părții turbionare, superioare, a capacului 20 sunt prelucrate având curbura interioară 22 în partea stângă și astfel putându-se



4

imprima o mișcare de rotație a containerului port-probă în sens contrar acelor de ceasornic.

Diametrul exterior al zonei turbionare al capacului și respectiv cea din imediata vecinătate 20, prezintă un diametru, d_2 , egal cu diametrul exterior al cămașii cilindrice 100, în timp ce diametrul, d_1 , al părții care culisează în interiorul containerului port probă 30, este egal cu diametrul interior al cămașii cilindrice 100.

Pentru facilitarea introducerii capacului turbionar 10 în cămașa cilindrică 100, partea 31 a capacului este prelucrată, în exemplul de față, ca și teșire la un unghi, 32, de 45 de grade. Unghiul teșiturii nu este însă limitat la aceasta valoare.

În figura 3 se prezintă un container port-probă cu doua capete deschise în vedere: secțiune dimetrică (a.) și respectiv secțiune longitudinală (b.). Pentru ermetizarea volumului activ al containerului port-probă cilindric, partea capacului turbionar 30 care culisează în interiorul cămașii cilindrice 100 este prevăzută cu nervuri de comprimare 33. În prezentul exemplu nervurile, care au secțiunea de forma triunghiulară, sunt în număr de două și au diametrul maxim, d_3 , cu 2% mai mare decât diamterul părții 30, care culisează în interiorul cămașii cilindrice și respectiv al diametrului interior al cămașii cilindrice 100, și anume d_1 . Pentru a putea culisa în interiorul cămașii cilindrice 100, capacul turbionar este în prealabil racit în azot lichid pentru a suferii un proces de contracție. Prin comprimarea pe care, ulterior revinerii la dimensiunile inițiale, nervurile, 33, o exercita ulterior asupra peretelui interior al containerului cilindric se realizează etanșarea volumului activ 101. Volumul activ al containerului port-probă este delimitat de suprafața interioară a cămașii cilindrice 102 și de suprafețele 31, 34, 35 și 36 ale capacului turbionar și respectiv cele echivalente ale capacului simplu (inferior).



În figura 4 se prezintă capacul inferior 200, care dispune, pentru partea care culisează, 210, în interiorul camașii cilindrice 100, de caracteristici similare cu cele ale partii culisante 30 a capacului turbionar 10. Astfel capacul este prevăzut cu două nervuri de comprimare, 211, de secțiune triunghiulară și care prezintă diametrul maxim, d_3 , cu 2 % mai mare decât diametrul, d_1 , al secțiunii ce culisează în interiorul camașii cilindrice 100. Partea capacului inferior care nu culisează în interiorul camașii cilindrice, 220, prezintă o formă cilindrică, sau trunchi de con circular drept. În prezentul exemplu capacul are o formă cilindrică, având un diametru exterior, d_4 , egal cu 92 % din diametrul exterior al camașii cilindrice 100 și respectiv al capacului turbionar 10. Capacul inferior este introdus în camașa cilindrică după același procedeu ca și capacul turbionar, și anume, prin racirea în prealabil în azot lichid.

În exemplul din figura 5 se prezintă un cap turbionar 40, viziune dimetrică (a.) și respectiv în secțiune longitudinal axială (b.), prevăzut cu 10 pale, 41, defazate la 36 de grade, având raza de curbură a palelor în partea dreaptă, 42. Capacul turbionar poate astfel imprima o mișcare de rotație a ansamblului container port-probă în sensul acelor de ceasornic, însă nu este limitat doar la această posibilă construcție și direcție de rotație. Prezentul exemplu constructiv dispune de trei puncte de comprimare, 43, în peretele interior al camașii cilindrice 100 a ansamblului container port-probă. Capacul turbionar este prevăzut cu o degajare interioară, 44, în partea inferioară a capacului turbionar, cea care culisează în interiorul camașii cilindrice. Astfel poate fi crescut volumul activ al ansamblului container port-probă. Capacul turbionar este prevăzut în partea superioară cu o gaură filetată interior, 45, care este folosită, în caz de necesitate, la extragerea capacului turbionar din cămașa cilindrică a containerului port-probă. În această gaură filetată se însurubează un



dispozitiv de tragere care permite aplicarea unui moment axial de extragere mai mare. Înfiletarea dispozitivului și extragerea capacului din cămașa cilindrică are loc după răcirea ansamblului container port-probă în lichidul criogenic.

Prin aplicarea invenției se obțin următoarele avantaje:

- 5
- păstrarea caracteristicilor „probelor” analizate
 - menținerea condițiilor inițiale ale „probelor” de analizat
 - evitarea scurgerilor de fluide în timpul utilizării
 - evitarea deteriorării echipamentelor pentru analiză în care containerul port-probă este levitat și rotit.



REVENDICĂRI

1. Dispozitive și metoda pentru etanșarea containerelor port-probă pentru spectroscopia de rezonanță magnetică nucleară caracterizate prin aceea că, în scopul etanșării containerelor în timpul levitării și rotirii acestora sunt utilizate unul sau două capace.
2. Dispozitiv (10) pentru etanșarea containerelor port-probă pentru spectroscopia de rezonanță magnetică nucleară caracterizat prin aceea că cel puțin un capac pentru etanșarea containerelor port-probă cilindrice utilizate în rezonanța magnetică nucleară efectuată în condiții de levitare are formă turbionară (21) pentru a permite rotirea containerelor.
3. Dispozitiv (200) pentru etanșarea containerelor port-probă pentru spectroscopia de rezonanță magnetică nucleară caracterizat prin aceea că cel puțin un capac pentru etanșarea containerelor port-probă cilindrice prevăzut cu ambele capete deschise, utilizate în rezonanța magnetică nucleară efectuată în condiții de levitare și rotire a containerelor prezintă o formă neturbionară (220).
4. Capac turbionar (10), conform revendicării 1 și 2, caracterizat prin aceea că este prevăzut cu nervuri de comprimare (33) pentru etanșarea volumului activ (101) al containerului port-probă.
5. Capac turbionar, conform revendicării 4, caracterizat prin aceea că este prevăzut cu nervuri de comprimare (33) cu secțiune triunghiulară (36) în secțiune longitudinal axială.
6. Capac, conform revendicării 3, caracterizat prin aceea că este prevăzut cu nervuri de comprimare (211) pentru etanșarea volumului activ (101) al containerului port-probă.
7. Capac, conform revendicării 6, caracterizat prin aceea că este prevăzut cu nervuri de comprimare (211) cu secțiune triunghiulară în secțiune longitudinal axială.
8. Capac turbionar (10), conform revendicării 1 și 2, caracterizat prin aceea că prezintă secțiuni transversale în zona nervurilor de comprimare (33) cu diametrul mai mare decât diametrul interior al cămășii cilindrice (100) al ansamblului container port-probă.



9. Capac simplu (200), conform revendicării 1 și 3, caracterizat prin aceea că prezintă secțiuni transversale în zona nervurilor de comprimare (211) cu diametrul mai mare decât diametrul interior al cămășii cilindrice (100) al ansamblului container port-probă.
10. Capac turbionar (10), conform revendicării 8, caracterizat prin aceea că este format dintr-o singură componentă prelucrată unitar și prevăzut în partea superioară cu o gaură filetată interior (45).
11. Capac simplu (200), conform revendicării 9, caracterizat prin aceea că este format dintr-o singură componentă prelucrată unitar.
12. O metodă caracterizată prin aceea că formează o etanșare între suprafața interioară (102) a cămășii cilindrice (100) și respectiv ale suprafețelor de etanșare (33 și 211) ale capacului turbionar (10) și respectiv ale capacului simplu (200).
13. O metodă, conform revendicării 8 și 9, caracterizată prin aceea că, capacul turbionar (10), capacul simplu (200) și cămășa cilindrică (100) formează un montaj.
14. O metodă, conform revendicării 10, caracterizată prin aceea că în urma montajului componentelor 10 și 100 se realizează o etanșare prin comprimare.
15. O metodă, conform revendicării 11, caracterizată prin aceea că în urma montajului componentelor 100 și 200 se realizează o etanșare prin comprimare.
16. O metodă, conform revendicării 12, caracterizată prin aceea că pentru montajul în interiorul cămășii cilindrice (100) a capacului turbionar (10) și respectiv capacului simplu (200) acestea din urmă sunt răcite în prealabil în azot lichid sau amestecuri criogenice similare.
17. O metodă, conform revendicării 10, caracterizată prin aceea că pentru demontarea capacului turbionar (10) se utilizează un dispozitiv de extragere, care se înfiletează în gaura filetată axial (45), în partea superioară a capacului.



6

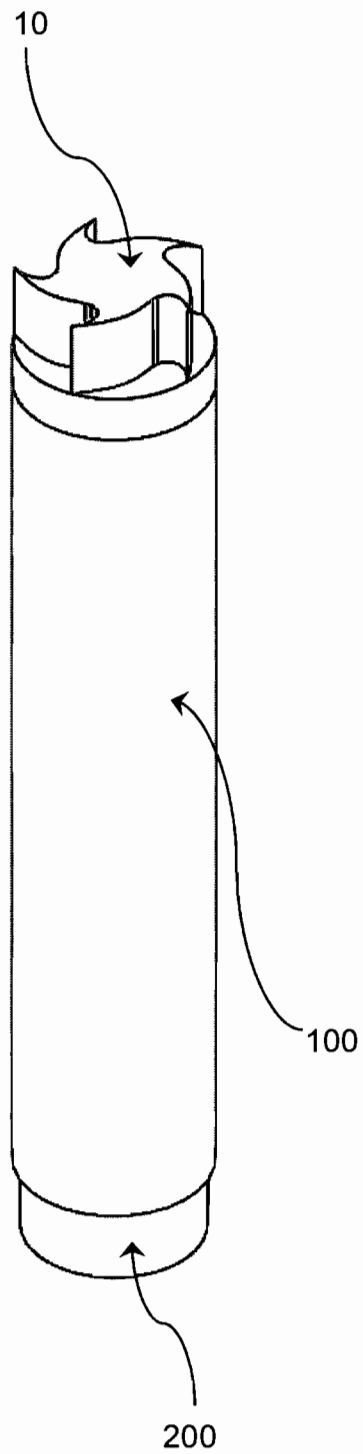


Figura 1



5

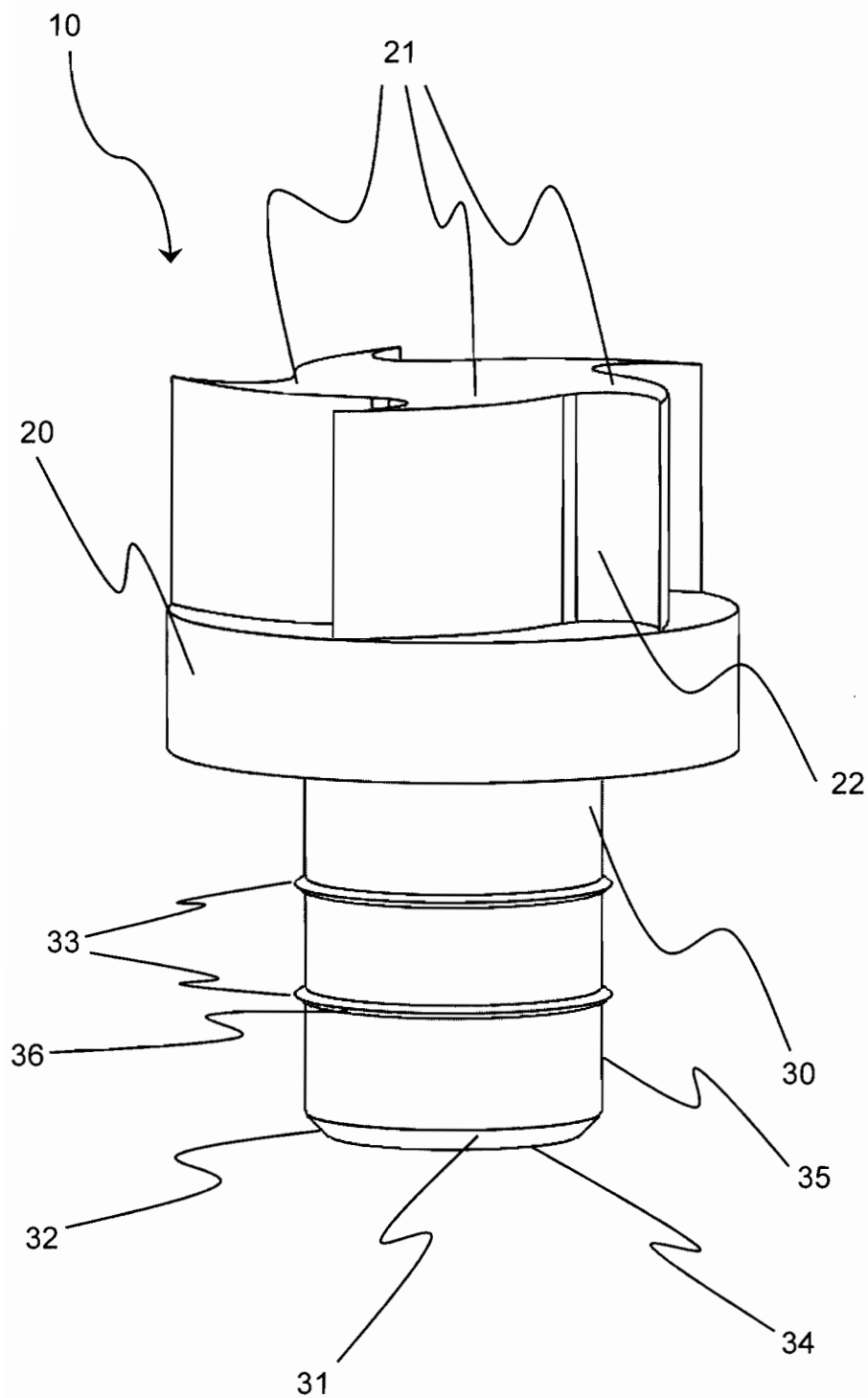


Figura 2



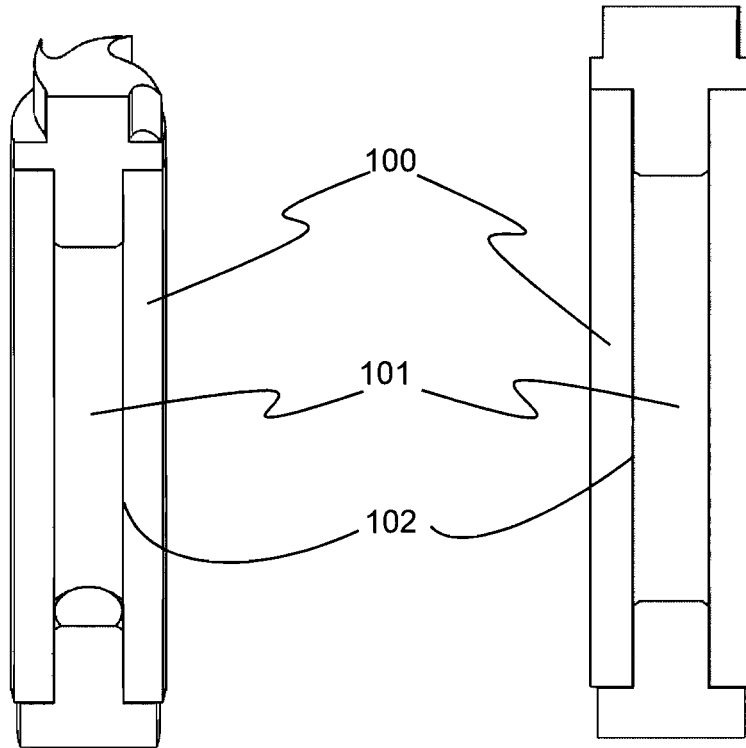


Figura 3



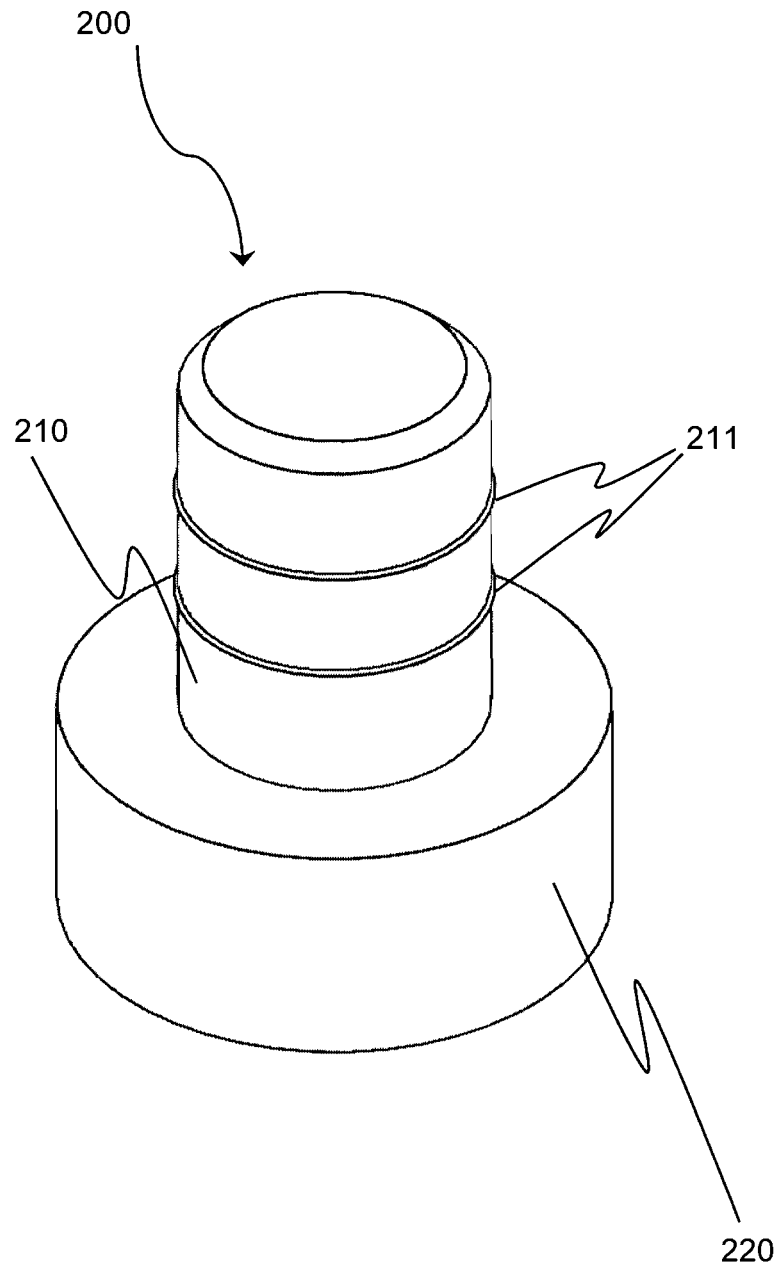


Figura 4



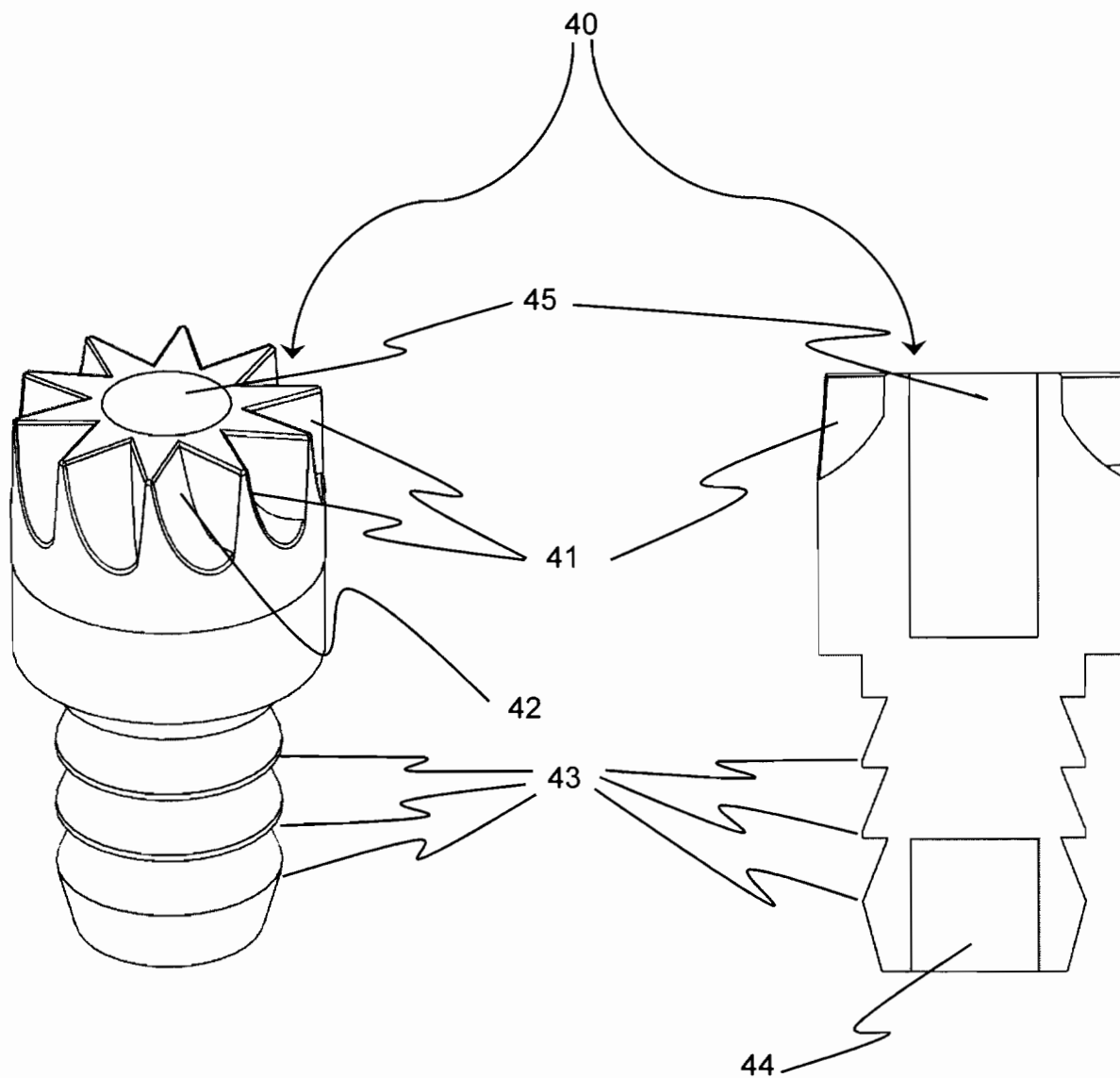


Figura 5

